

CLIPPEDIMAGE= JP405255843A

PAT-NO: JP405255843A ✓

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 05255843 A

TITLE: HIGH PURITY TITANIUM TARGET FOR SPUTTERING

PUBN-DATE: October 5, 1993

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KODERA, MASAHIRO

AZUMAGUCHI, YASUHIRO

TERADA, KATSUNORI

NOZAWA, YOSHIHARU

OSHIRO, MASAHARU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

VACUUM METALLURGICAL CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP03318181

APPL-DATE: December 2, 1991

INT-CL (IPC): C23C014/34;C22C014/00 ;H01L021/285  
;H01L021/285

US-CL-CURRENT: 204/298.13

ABSTRACT:

PURPOSE: To make the crystal grain size of a high purity Ti target used in a sputtering method utilized to form a film of a semiconductor device fine.

CONSTITUTION: At least one kind of high purity grain growth inhibiting element such as Si, (B) or Ge is added to high purity (Ti) as the base of a target by a very small amt. of 100-2,000ppm by weight. The resulting target is grain-refined, particles scattered and deposited during sputtering are reduced

and uniformity in film thickness is enhanced.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-255843

(43)公開日 平成5年(1993)10月5日

| (51)Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号    | 庁内整理番号    | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|---------|-----------|-----|--------|
| C 2 3 C 14/34            |         | 8414-4K   |     |        |
| C 2 2 C 14/00            |         | Z         |     |        |
| H 0 1 L 21/285           |         | S 7738-4M |     |        |
|                          | 3 0 1 R | 7738-4M   |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数 2(全 3 頁)

|          |                 |         |   |
|----------|-----------------|---------|---|
| (21)出願番号 | 特願平3-318181     | (71)出願人 | 000192372<br>真空冶金株式会社<br>千葉県山武郡山武町横田516番地 |
| (22)出願日  | 平成3年(1991)12月2日 | (72)発明者 | 小寺 正裕<br>千葉県印旛郡酒々井町東酒々井6-6-16-202         |
|          |                 | (72)発明者 | 東口 安宏<br>千葉県山武郡山武町木原227-109               |
|          |                 | (72)発明者 | 寺田 勝則<br>千葉県印旛郡八街町ホ1029                   |
|          |                 | (74)代理人 | 弁理士 八木田 茂 (外4名)                           |

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 スパッタリング用高純度チタンターゲット

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 半導体デバイスの成膜に利用されるスパッタリング法において使用される高純度のチタンターゲットの結晶粒の微細化を図る。

【構成】 高純度のチタン母材に、高純度の少なくとも一種の結晶粒成長抑制元素(Si, B, Ge)を重量比で100ppm~2000ppm 微量添加する。

【効果】 ターゲットの結晶粒微細化により、スパッタリング工程中で飛散堆積するパーティクルが減少すると共に、膜厚の均一性が向上する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高純度のチタン母材に、高純度の少なくとも一種の結晶粒成長抑制元素を重量比で100ppm~2000ppm 微量添加し希薄合金化したことを特徴とするスパッタリング用高純度チタンターゲット。

【請求項2】 高純度のチタン母材に添加される高純度の結晶粒成長抑制元素が高純度のシリコン、ボロン及びゲルマニウムのうちの一つまたは複数から成る請求項1に記載のスパッタリング用高純度チタンターゲット。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はスパッタリング用高純度チタンターゲットに関するものである。

## 【0002】

【従来技術】従来半導体デバイスにおける薄膜の形成方法としては、蒸発機構を備えた真空蒸着法、不活性ガスイオンによるターゲットのスパッタリングを利用したスパッタリング法、CVD法やイオンプレーティング法が知られているが、実際には主にスパッタリング法が用いられている。スパッタリング法は、ターゲット板にアルゴンイオンを衝突させて金属を放出させ、放出金属をデバイス用基板上に堆積させ薄膜を形成する方法であり、従って、生成膜の純度、組成、膜厚の均一性等の性状は、ターゲット板材料の純度、組成スパッタリング特性等に左右される。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】半導体デバイスの成膜方法として主に用いられているスパッタリング法においては、そのスパッタリングターゲットの材料には、使用目的により多種存在するが、その一つとして高純度チタンターゲットもよく利用されている。ところで、一般にスパッタリング法においては、成膜の際に、目的外の微粒子が飛散することがあり、それらの微粒子がデバイス用基板上に堆積しパーティクルを形成することになる。このようなパーティクルはデバイス内の断線等の不良発生の原因になっている。高純度チタンターゲットにおいても例外ではなく、そのパーティクルの低減が望まれている。またターゲットをスパッターしてデバイス用基板へ成膜する際、その膜厚の均一性は生産性を向上させる上で重要であり、高純度チタンターゲットについても一層の改良が望まれている。これらの、パーティクルの減少や膜厚の均一性の向上のためには、多結晶体に関しては、結晶粒の微細化が有力な方法である。特に、膜厚の均一性の問題は、ターゲット表面の各結晶粒の方位によってスパッター効率が異なることから発生すると言われており、これは結晶粒の微細化によって方位が平均化されることにより成膜の膜厚の均一化が計れると考えられる。結晶粒径の微細化は、材料の加工方法とその加工度、及び熱処理（再結晶化のための熱処理）条件を最適化することによってある程度行えるが、限度がある。そして

微細化の条件を最適化することは一般に困難である。さらに、高純度になればなるほど、結晶粒は大きく成長し、より微細化する必要が生じるようになる。そこで、本発明は、スパッタリング用高純度チタンターゲットにおいて、成膜の特性を劣化させない範囲で、結晶粒の微細化を達成して上記の問題点を解決することを目的としている。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明によるスパッタリング用高純度チタンターゲットは、結晶粒の微細化のために、高純度チタン母材に高純度の少なくとも一種の結晶粒成長抑制元素を微量添加し希薄合金化したことを特徴としている。添加する結晶粒成長抑制元素としては好ましくは高純度のシリコン、ボロン及びゲルマニウムのうちの一つまたは複数個が用いられ得る。また添加する元素の量は、重量比で2000ppm 以下、好ましくは重量比で100ppm~2000ppm の範囲で選ばれる。

## 【0005】

【作用】本発明による微量の結晶粒成長抑制元素を添加した高純度チタンターゲットにおいては、溶解インゴットの加工、熱処理の工程で結晶粒の成長が添加された元素の影響で抑制され、それにより微細化された結晶粒が容易に得られる。

## 【0006】

【実施例】以下、本発明を実施例について説明する。純度99.99 %以上（但し金属成分）の高純度チタンに、純度99.99 %以上（但し金属成分）の高純度シリコンが重量比で100ppm~2000ppm 添加された溶解インゴット（φ100 × L150 ）を製作した。これに鍛造加工、圧延加工を加えて厚さ10mmの板状にして真空熱処理を行いターゲットを製作した。こうして得られたターゲットの結晶粒径を観察したところ、約10μm以下の微細な結晶粒が得られた。比較例として純度99.99 %以上（但し金属成分）の高純度チタンを用い、シリコン無添加の溶解インゴットを上記実施例のものと同一形状に製作した、これに上記実施例と同一の加工を行い、結晶粒径を観察したところ、約40~50μmと観察された。従って本発明のターゲットにおいては結晶粒径が比較例のものに比べて約1/4 ~1/5 となり、結晶粒の十分な微細化の得られることが認められる。

【0007】ところで実施例では、添加元素としてシリコン（Si ）を用いているが、ボロン（B ）、ゲルマニウム（Ge ）等の一種、またはそれらの複数個を加えても良い。

## 【0008】

【発明の効果】以上説明してきたように本発明によるターゲットにおいては、結晶粒成長抑制元素を微量含むことによって高純度チタンの結晶粒が一層微細化され、その結果半導体デバイスの製造工程においてスパッタリン

グ用ターゲットとして用いることにより製品歩留まりを

大幅に向上させることができる。

---

フロントページの続き

(72)発明者 野沢 義晴

千葉県印旛郡酒々井町東酒々井4-4-  
295

(72)発明者 大城 正晴

千葉県佐倉市江原新田76-4

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] To the titanium base material of a high grade, it is 100 ppm - 2000 ppm at a weight ratio at least about a kind of grain-growth suppression element of a high grade. High grade titanium target for sputtering characterized by having carried out minute amount addition and dilute-alloy-izing.

[Claim 2] The high grade titanium target for sputtering according to claim 1 with which the grain-growth suppression element of the high grade added by the titanium base material of a high grade consists of one or more of the silicon of a high grade, boron, and the germanium.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to the high grade titanium target for sputtering.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, as the formation method of the thin film in a semiconductor device, although the vacuum deposition method equipped with the evaporation mechanism, the sputtering method using sputtering of the target by the inactive gas ion, and CVD and the ion plating method are learned, the sputtering method is mainly used in fact. The sputtering method is the method of making argon ion collide with a target board, making a metal emit, making the substrate for devices deposit a discharge metal, and forming a thin film, therefore characters of the purity of a generation film, composition, and thickness, such as homogeneity, are influenced by the purity of the charge of a target plate, the composition sputtering property, etc.

[0003]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In the sputtering method mainly used as the membrane formation method of a semiconductor device, although variety existence is recognized by the purpose of use, the high grade titanium target is also well used for the material of the sputtering target as one of them. By the way, generally, in the sputtering method, the particle besides the purpose may disperse in the case of membrane formation, and those particles will accumulate on the substrate for devices, and will form particle. Such particle causes poor generating of the open circuit in a device etc. Also in the high grade titanium target, reduction of not an exception but the particle is desired. Moreover, in case the spatter of the target is carried out and membranes are formed to the substrate for devices, the homogeneity of the thickness is important when raising productivity, and much more improvement is desired also about the high grade titanium target. Detailed-ization of crystal grain is a leading method, concerning the polycrystalline substance for reduction of these particle, or the improvement in homogeneity of thickness. It is said that especially the homogeneous problem of thickness is generated from spatter efficiency changing with directions of each crystal grain on the front face of a target, and it is thought that this can measure equalization of the thickness of membrane formation when a direction is equalized by detailed-ization of crystal grain. It is limited although detailed-ization of the diameter of crystal grain can therefore be performed to some extent for optimizing the processing method, its workability, and the heat treatment (heat treatment for recrystallization) conditions of material. And generally it is difficult to optimize the conditions of detailed-izing. Furthermore, the more it becomes a high grade, crystal grain grows greatly and, the more it is necessary to come to make it detailed more. Then, in the high grade titanium target for sputtering, this invention is the range which does not degrade the property of membrane formation, and aims at attaining detailed-ization of crystal grain and solving the above-mentioned trouble.

[0004]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, the high grade titanium target for sputtering by this invention is characterized by having carried out minute amount addition at least of a kind of grain-growth suppression element of a high grade, and dilute-alloy-izing to a high grade titanium base material, for detailed-izing of crystal grain. One or more of the silicon of a high grade, boron, and the germanium may be used preferably as a grain-growth suppression element to add. Moreover, the amount of the element to add is 2000 ppm at a weight ratio. It is 100 ppm - 2000 ppm at a weight ratio preferably hereafter. It is chosen in the range.

[0005]

[Function] In the high grade titanium target which added the grain-growth suppression element of the minute amount by this invention, it is suppressed under processing of a dissolution ingot, and the influence of the element with which the grain growth was added at the process of heat treatment, and the crystal grain which turned minutely by that cause is obtained easily.

[0006]

[Example] Hereafter, this invention is explained about an example. To the high grade titanium more than purity 99.99 % (however, metal component), the high purity silicon more than purity 99.99 % (however, metal component) is 100 ppm - 2000 ppm at a weight ratio. The added dissolution ingot ( $\phi 100 \times L150$ ) was manufactured. Forging and strip processing were applied to this, it was made the tabular with a thickness of 10mm, the vacuum heat treatment was performed, and the target was manufactured. In this way, when the diameter of crystal grain of the obtained target was observed, detailed crystal grain about 10 micrometers or less was obtained. The silicon additive-free dissolution ingot was manufactured in the same configuration as the

thing of the above-mentioned example, using the high grade titanium more than purity 99.99 % (however, metal component) as an example of comparison. When the same processing as the above-mentioned example was performed to this and the diameter of crystal grain was observed, it was observed as about 40-50 micrometers. Therefore, the diameter of crystal grain compares with the thing of the example of comparison in the target of this invention, and it is  $4 - 1/5$  about  $1/$ . It becomes and it is admitted that sufficient detailed-ization of crystal grain is obtained.

[0007] By the way, in the example, although silicon (Si) is used as an alloying element, you may add kinds, such as boron (B) and germanium (germanium), or those plurality.

[0008]

[Effect of the Invention] the target according to this invention as explained above -- setting -- a grain-growth suppression element -- minute amount \*\*\*\* -- the crystal grain of high grade titanium can turn minutely further by things, and the product yield can be sharply raised by as a result using as a target for sputtering in the manufacturing process of a semiconductor device

---

[Translation done.]